

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-012763

(43)Date of publication of application : 17.01.1995

(51)Int.Cl.

G01N 23/225

G01N 21/66

(21)Application number : 05-152234

(71)Applicant : FINE CERAMICS CENTER

(22)Date of filing : 23.06.1993

(72)Inventor : MIYAUCHI MICHIIHIRO
SHIBATA NORIYOSHI

(54) SURFACE ANALYSIS METHOD AND SURFACE ANALYSIS DEVICE

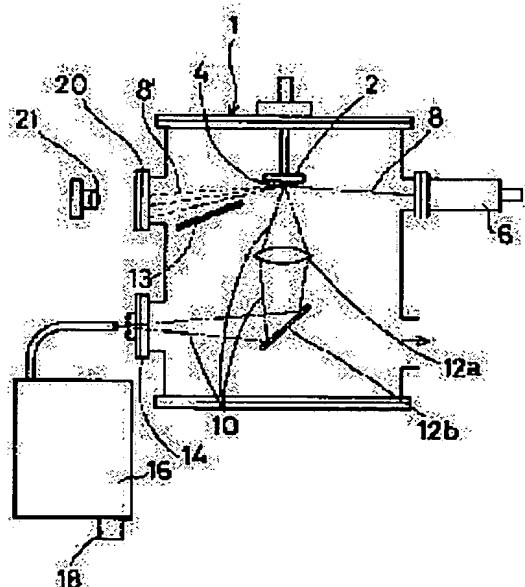
(57)Abstract:

PURPOSE: To concurrently measure a reflected high-speed electron beam diffraction image with luminescence light by applying the constitution where the incident angle of an electron beam incident on sample surface becomes equal to or not more than the prescribed value.

CONSTITUTION: A sample 4 is fixed to a sample holder 2 having a rotary and flap mechanism in a vacuum vessel 1. An electron beam 8 emitted from an electron gun 6 is incident on the surface of the sample 4 at an angle nearly in parallel thereto (10 degrees or less). The electron beam 8 is diffracted on the surface and a diffracted electron beam 8' reaches a phosphor screen 20. This screen 20 is thereby made luminous. As a result, reflected high-speed electron beam diffraction measurement can be undertaken about polar surface. Also, luminescence light 10 is emitted from the sample 4.

This light 10 is converged through a lens system 12a and reflected with a total reflection mirror 12b. The light 10,

then, passes a quartz glass window 14 and is taken out of the vessel 1. A spectrograph 16 and photo detector 18 are arranged outside the vessel 1 to spectroscopically measure the introduced light 10. In this case, a light shielding plate 13 is fitted, so as to prevent the light of the screen 20 from being incident on the lens system 12a.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The surface analysis approach characterized by the incident angle of said electron ray which carries out incidence to said sample front face being 10 degrees or less in the cathodoluminescence method which measures the luminescence light which irradiates an electron ray on a sample front face, and is generated from a sample front face in a vacuum.

[Claim 2] Surface analysis equipment characterized by having the reflection-high-energy-electron-diffraction system of measurement which consists of an electron gun and a fluorescent screen in a vacuum, and the cathode luminescence system of measurement which measures the luminescence light generated from a sample front face with the electron ray emitted from said electron gun.

[Claim 3] Surface analysis equipment characterized by having consisted of reflection-high-energy-electron-diffraction system of measurement which consists of an electron gun and a fluorescent screen in a vacuum, and cathode luminescence system of measurement which measures the luminescence light generated from a sample front face with the electron ray emitted from said electron gun, and forming said electron ray possible [a scan of on said sample front face].

[Claim 4] Surface analysis equipment characterized by having the reflective high-energy-electron-diffraction system of measurement which consists of an electron gun and a fluorescent screen in a vacuum, the system of measurement which measures the X-ray generated from a sample front face with the electron ray emitted from said electron gun, and the cathode luminescence system of measurement which measures the luminescence light generated from a sample front face with the electron ray emitted from said electron gun.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the surface analysis approach and surface analysis equipment which used the surface analysis of a semi-conductor or a ceramic ingredient, especially an electron ray.

[0002]

[Description of the Prior Art] Development of the semi-conductor aiming at application for an electronic device or an optoelectronics component and a ceramic thin film progresses, and the technique which controls the dimension of a thin film by nm size has come to be developed. For this reason, especially a surface analysis technique is becoming still more important as a method of assaying an ingredient. It must interpret systematically, using various ***, such as a presentation, the crystal structure, an impurity, a defect, and an integrated state, and various measurement means as a surface analysis item.

[0003] There is an approach called a cathodoluminescence method to one of the surface analysis method of this. By measuring the luminescence light irradiated and generated on a sample front face, and analyzing an electron ray, this approach analyzes the crystal integrity of a sample, an impurity, a crystal defect, a distorted place, etc., and is used especially for development of a light emitting device as an indispensable approach. In this cathodoluminescence method, incidence of the electron ray 8 which was emitted to the front face of the sample 4 installed in the interior of a vacuum housing 1 as shown in drawing 7 from the electron gun 6, and was accelerated by about 5-20kV is carried out perpendicularly. And the luminescence light 10 occurs on the front face of a sample 4 with this electron ray 8. This luminescence light 10 was condensed by the condensing mirror 12, and it took out to the exterior of said vacuum housing 1, and after carrying out a spectrum with a spectroscope 16, it has changed into the electrical signal with the photodetector 18.

[0004] The crystallinity on the front face of a sample and surface smoothness are very important for production of an epitaxial thin film, a superlattice thin film, etc. one of the evaluations of the crystal structure on this front face of a pole — reflective high energy electron diffraction (it omits Following RHEED) — there is law and it is especially widely used as a spot appraisal method by the molecular beam epitaxy. RHEED Law carries out incidence of the electron ray 8 which was emitted to the front face of the sample 4 installed in the interior of a vacuum housing 1 from the electron gun 6, and was accelerated by about 5-30kV almost horizontally, as shown in drawing 8 . And this electron ray starts diffraction on the front face of a sample 4. Diffracted electron ray 8' shines a fluorescent screen 20. It is RHEED by photoing this with a camera 21. A graphic form can be acquired.

[0005] moreover, recently — this RHEED RHEED-TRAXS (Reflection high-energy electron diffraction-total reflection angle X-ray spectroscopy) which measures the X-ray generated at the time of measurement — law was proposed (Shunji Hasegawa et.al., Jpn.J.Appl.Phys.24, L387 (1985)). It is RHEED-TRAXS to drawing 9 . Equipment is shown. In all directions, X-ray 28 generated by electron beam irradiation is not emitted to homogeneity, but is strongly emitted to it on condition that total reflection. Therefore, the detector 30 of an X-ray is attached in the

location of total reflection, and has come to be able to perform fine tuning of a location. Incidence of the incidence electron ray 8 is carried out at the include angle near the front face of a sample 4 almost in parallel, and since it moreover measures X-ray 28 from the surface matter at the ejection include angle near a total reflection angle, it can perform analysis of the presentation on the front face of a pole.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, in said cathodoluminescence method, it consists of arrangement in which a high-speed electron ray carries out incidence almost at right angles to a sample front face. For this reason, an electron invades deeply from a sample front face, and it depends for that depth on the acceleration voltage of an electron ray 8, and is about 1-several micrometers. It reaches. For this reason, the fault of being inapplicable is shown in the pole surface analysis of nm order. moreover, the conventional RHEED **** — although the information on the pole front face of a crystal and the atomic arrangement of number atomic layer order can be acquired, information about an impurity or a crystal defect cannot be acquired. Furthermore, RHEED-TRAXS Although the pole front face of a crystal, the atomic arrangement of number atomic layer order and surface smoothness, and the information on a presentation can be acquired in law, information about an impurity or a crystal defect cannot be acquired. Then, the technical problem of this invention is a cathodoluminescence method and RHEED. Law and RHEED-TRAXS It is in offering the surface analysis approach which the trouble of law is solved and can moreover analyze the crystallinity on the front face of a pole of nm order, surface smoothness, an impurity, and a crystal defect to coincidence in the same location, and surface analysis equipment.

[0007]

[Means for Solving the Problem] In order to solve the trouble of said cathodoluminescence method, this invention is characterized by ***** constituted so that the incident angle of the electron ray which carries out incidence to a sample front face might become 10 degrees or less as arrangement for cathode luminescence measurement. At a shallow include angle which the penetration depth of the electron on the front face of a sample becomes shallow while making whenever [incident angle / of an electron ray] small, and becomes close by a shave with a sample front face especially, a penetration depth can be made extremely shallow with several nm. Therefore, the field which luminescence light generates can also be made into a pole surface field with a depth of about several nm or less from a front face. Although an electronic penetration depth becomes so deep that acceleration of an electron ray is large here, pole surface analysis is possible by making said incident angle into several degrees or less in the acceleration voltage of about 5-30kV usually used.

[0008] Said RHEED This invention is RHEED in order to solve the trouble of law. It is characterized by measuring to coincidence the luminescence light generated at the time of measurement. RHEED Since the electron ray is then used, luminescence light occurs at the time of measurement. Moreover, in order to make a sample front face carry out incidence of the electron ray close, it hardly trespasses upon the interior of a sample. For this reason, unlike the conventional approach, only the signal from a pole front face is included in luminescence light. By the approach of this invention, it has condensing and the optical system for carrying out a light guide for the reflective high-energy-electron-diffraction system of measurement which consists of an electron gun and a fluorescent screen in a vacuum housing, and the luminescence light generated from a sample front face with the electron ray irradiated from said electron gun, and said luminescence light is taken out to the exterior of said vacuum tub according to said optical system, and it has the spectroscopy and photodetector for measuring said luminescence light to the exterior of said vacuum tub, and is RHEED. An image and luminescence light are measured to coincidence.

[0009] Moreover, the luminescence light which is made to scan an ingredient front-face top and generates an electron ray with an electron ray in each scanning point is measured, and it is RHEED in each scanning point. An image is measured. By analyzing these two-dimensional, two-dimensional surface analysis becomes possible. The resolution in a perpendicular direction can be raised to field inboard, especially an electron ray by extracting an electron ray on a sample

front face.

[0010] Moreover, this invention is said RHEED-TRAXS. In order to solve the trouble of law, it is characterized by measuring to coincidence the luminescence light generated at the time of RHEED-TRAXS measurement. In order to make a sample front face carry out incidence of the electron ray close, it hardly trespasses upon the interior of a sample. For this reason, unlike the conventional approach, only the signal from a pole front face is included in luminescence light. Thus, RHEED An image, an X-ray, and luminescence light are measured to coincidence.

[0011]

[Function] As stated above, according to this invention, evaluation of the crystal integrity on the front face of a pole below depth nm order, an impurity, a crystal defect, a distorted place, etc. is attained by making small the incident angle of the electron ray which carries out incidence to a sample front face. Moreover, RHEED By performing measurement and cathode luminescence measurement to coincidence, evaluation of not only the crystal structure on the front face of a pole but a crystal integrity, an impurity, a crystal defect, a distorted place, etc. is attained. Moreover, two-dimensional evaluation is attained by scanning an electron ray. Moreover, in order that the electron which carried out incidence almost at right angles to a sample front face by the conventional approach might stop kinetic energy at a sample front face by the collision with a sample as it is ****, unusual electrification occurred with the insulating ingredient, exact measurement was difficult, but since most electron rays are reflected on a sample front face according to the approach of this invention, electrification can be reduced sharply.

[0012]

[Example] The example of this invention is explained using a drawing. In addition, especially, unless it is required, the member number used with the conventional technique shall be used. (Example 1) The outline of the surface analysis equipment of the 1st example by this invention is shown in drawing 1. A sample 4 is fixed to rotation of the interior of a vacuum housing 1, and the sample electrode holder 2 with a gate device. The electron gun 6 for exciting a sample 4 by the electron is attached. The sample 4 and the electron gun 6 are arranged so that incidence of the electron ray 8 which came out of the electron gun 6 may be carried out at the shallow include angle near the front face of a sample 4 almost in parallel. A sample 4 shines with this electron ray 8. The luminescence light 10 generated from the sample 4 on the sample front face in a vacuum housing 1 is attached in the condensing mirror 12 of condensing and the paraboloid configuration for carrying out a light guide. A lens and a reflective mirror may be combined instead of the condensing mirror 12 of said paraboloid configuration. The luminescence light 10 which condensed passes the quartz-glass aperture 14 of a vacuum housing 1, and is taken out besides a vacuum housing 1. the luminescence light 10 by which the spectroscope 16 and the photodetector 18 are installed out of the vacuum housing 1, and the light guide was carried out - a spectrum - it measures.

[0013] In this example, using what vapor-deposited the golden thin film as a sample 4 to the sapphire and this which carried out mirror plane finishing, whenever [incident angle / of an electron ray 8] was made into about 2 degrees, and the spectrometry of the luminescence light 10 was performed. The result is shown in drawing 2 and drawing 3. Drawing 3 shows the luminescence spectrum from the sample which vapor-deposited the golden thin film in thickness of 5nm and 12nm, respectively on sapphire and sapphire. 326nm A peak very sharp to a near strong peak, 692nm, and 694nm, and 737nm The broadcloth peak was observed near, and the reinforcement of these peaks became weak rapidly, when the golden vacuum evaporation film was thickened. Moreover, they are 326nm, 694nm, and 737nm to drawing 2. Although the gold film thickness dependency of peak intensity is shown, it turns out that a thickness dependency changes with peaks. Thus, luminescence measurement was attained to depth nm order by this invention.

[0014] (Example 2) The block diagram of the surface analysis equipment of the 2nd example by this invention is shown in drawing 4. There is a sample electrode holder 2 with rotation and a gate device in the interior of a vacuum housing 1, and a sample 4 is fixed to this sample electrode holder 2. The electron gun 6 and the fluorescent screen 20 are attached in the location which counters the both sides of a sample 4 on both sides of a sample 4, respectively,

and incidence of the electron ray 8 which came out of the electron gun 6 is carried out at the shallow include angle near the front face of a sample 4 almost in parallel. The electron ray 8 which carried out incidence to sample 4 front face is diffracted on a front face, and diffracted electron ray 8' reaches a fluorescent screen 20, and shines this. Thereby, it is RHEED. It can measure.

[0015] Moreover, in the vacuum housing 1, lens system 12a for condensing the luminescence light 10 generated from a sample 4 and light guide system 12b (in this case, total reflection mirror) for taking out this light that condensed to the exterior of a vacuum housing are attached. The optical fiber other than a reflective mirror may be used for light guide system 12b. The gobo 13 is attached so that the light of a screen 20 may not carry out incidence into lens 12a. a spectroscopy 16 attaches in the exterior of a vacuum housing 1 — having — **** — the luminescence light 10 from a sample 4 — a spectrum — it measures. In order to carry out incidence of the electron ray 8 almost in parallel with a sample front face, it hardly trespasses upon the sample 4 interior. Therefore, the luminescence light 10 generated from a sample 4 is limited to a thing from a sample front face. Thus, RHEED on the front face of a pole Moreover, cathode luminescence measurement can carry out to coincidence with an image in the same location.

[0016] (Example 3) The block diagram of the surface analysis equipment of the 3rd example by this invention is shown in drawing 5 . The basic configuration is the same as the 2nd example. For a difference, the electron ray 8 which comes out of an electron gun 6 is several micrometers from the diameter of several nm in a sample front face. It is the point which can extract to extent and can scan an electron ray 8 two-dimensional on a sample front face. And it is RHEED, scanning. The same location is measured to coincidence, cathode luminescence is processed by computer 24, and two-dimensional evaluation is performed. For this reason, the controller 22 for scanning an electron gun 6 and the computer 24 are attached. Moreover, in order to measure the reinforcement of a reflection diffraction electron, the photograph multi-pliers 26 are attached. By using the reinforcement of this reflection diffraction electron as a luminance signal, a scan mold reflection electron microscope image can be obtained.

[0017] (Example 4) The block diagram of the surface analysis equipment of the 4th example by this invention is shown in drawing 5 . There is a sample electrode holder 2 with rotation and a gate device in the interior of a vacuum housing 1, and a sample 4 is fixed to this sample electrode holder 2. The electron gun 6 and the fluorescent screen 20 are attached in the location which counters the both sides of a sample 4 on both sides of a sample 4, respectively, and incidence of the electron ray 8 which came out of the electron gun 6 is carried out at the shallow include angle near a sample front face almost in parallel. The electron ray 8 which carried out incidence to the sample front face is diffracted on a front face, reaches a fluorescent screen 20, and shines this. Thereby, it is RHEED. It can measure.

[0018] Moreover, characteristic X ray 28 occurs from a sample 4 with an electron ray 8. Since incidence of the electron ray 8 is close carried out to a sample front face, an incidence electron excites many surface atoms and the reinforcement of the characteristic X ray 28 from a surface atom becomes strong. The reinforcement of the characteristic X ray 28 from this surface atom is very strong compared with the X-ray microanalysis to which the usual electron ray is made to put perpendicular ON. Moreover, characteristic X ray 28 is strongly emitted to homogeneity in a certain specific bearing rather than is emitted in all directions. This bearing is in agreement with the critical angle of the total reflection over the solid-state front face of characteristic X ray 28. X-ray detector 30 (Si (Li) sensing element) is attached in this direction. X-ray 28 excited by the electron ray 8 is taken out by the exterior of a vacuum housing 1 through the Be aperture 32 for maintaining a vacuum, and incidence necropsy appearance is carried out to X-ray detector 30.

[0019] Furthermore, in a vacuum housing 1, the luminescence light 10 generated from a sample 4 is condensed, and the lens system 12 for taking out to the exterior of a vacuum housing 1 is attached. the luminescence light 10 from a sample 4 is led to a spectroscopy 16 according to a lens system 12 — having — a spectrum — it is measured. In order to carry out incidence of the electron ray 8 almost in parallel with a sample front face, it hardly trespasses upon the interior of a sample 4. Therefore, the luminescence light 10 generated from a sample 4 is limited to a

thing from a sample front face. Thus, RHEED on the front face of a pole. Moreover, an image, X segment light measurement, and cathode luminescence measurement can carry out to coincidence by the 1 measurement part. Moreover, exact and precise evaluation can be performed per sample front face by making a sample front-face top scan an electron ray two-dimensional, and performing three kinds per each scanning point of measurement.

[0020]

[Effect of the Invention] Since the luminescence light on the front face of a pole can be measured according to this invention as explained in full detail above, it becomes possible to analyze the impurity on the front face of a pole, and a crystal defect. Moreover, RHEED Since cathode luminescence evaluation can moreover carry out to coincidence by the same measurement part, evaluation of the surface crystal structure, an impurity, and a crystal defect can be performed. Furthermore, since RHEED, cathode luminescence, and X segment light measurement can be performed by the same measurement part, in addition to the surface crystal structure, an impurity, and a crystal defect, a surface presentation can be evaluated, and systematic and reliable surface analysis can be performed. Moreover, according to this invention, two or more analytical skill is compound-ized, and simply advanced surface analysis is possible.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-12763

(43) 公開日 平成7年(1995)1月17日

(51) Int.Cl.⁶

G 0 1 N 23/225
21/66

識別記号

庁内整理番号
7172-2J

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平5-152234

(22) 出願日 平成5年(1993)6月23日

(71) 出願人 000173522

財団法人ファインセラミックスセンター
愛知県名古屋市熱田区六野2丁目4番1号

(72) 発明者 宮内 美智博

大阪府枚方市東山2-33-1

(72) 発明者 柴田 典義

愛知県名古屋市中区正木1-2-31

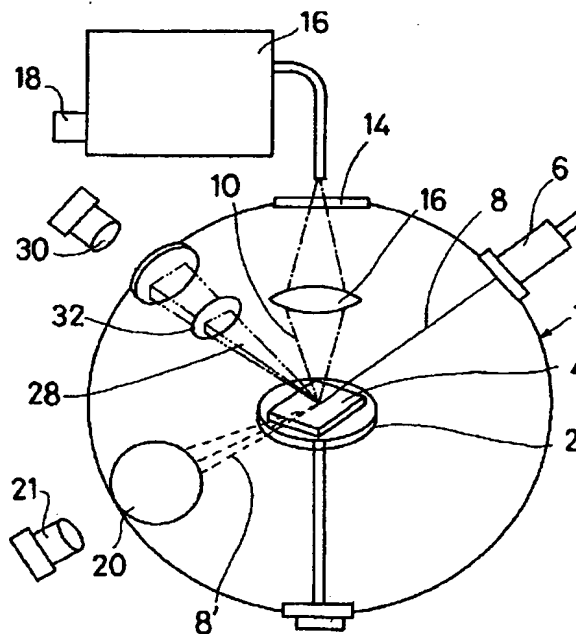
(74) 代理人 弁理士 岡田 英彦 (外2名)

(54) 【発明の名称】 表面分析方法及び表面分析装置

(57) 【要約】

【目的】 nmオーダーの極表面の結晶性、平坦性、不純物、結晶欠陥を同時にしかも同一場所で分析することが可能な表面分析方法を提供すること。

【構成】 真空中で試料4の表面に電子線8を照射して前記試料4の表面で回折された電子線8'の蛍光スクリーン20上での画像を計測する反射高速電子回折測定法において、前記試料4の表面から発生するX線28を計測するとともに、前記試料4の表面から発生するルミネッセンス光10を計測すること。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】真空中で試料表面に電子線を照射して、試料表面から発生するルミネッセンス光を計測するカソードルミネッセンス法において、前記試料表面に入射する前記電子線の入射角が 10° 以下であることを特徴とする表面分析方法。

【請求項 2】真空中で電子銃及び蛍光スクリーンから構成される反射高速電子回折測定系と、前記電子銃から放出された電子線により試料表面から発生するルミネッセンス光を計測するカソードルミネッセンス測定系を備えたことを特徴とする表面分析装置。

【請求項 3】真空中で電子銃及び蛍光スクリーンから構成される反射高速電子回折測定系と、前記電子銃から放出された電子線により試料表面から発生するルミネッセンス光を計測するカソードルミネッセンス測定系、とからなり、前記電子線を前記試料表面上を走査可能に設けたことを特徴とする表面分析装置。

【請求項 4】真空中で電子銃及び蛍光スクリーンから構成される反射高速電子線回折測定系と、前記電子銃から放出された電子線により試料表面から発生する X 線を計測する測定系と、前記電子銃から放出された電子線により試料表面から発生するルミネッセンス光を計測するカソードルミネッセンス測定系、とを備えたことを特徴とする表面分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は半導体やセラミックス材料の表面分析、特に電子線を用いた表面分析方法及び表面分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】電子素子やオプトエレクトロニクス素子への適用を目的とする半導体やセラミックス薄膜の開発が進展し、薄膜の寸法を nm サイズで制御する技術が開発されるようになってきた。このため、材料の分析評価法として特に表面分析技術はますます重要になってきた。表面分析項目としては、組成、結晶構造、不純物、欠陥、結合状態など各種あり、いろいろな測定手段を用いて体系的に解釈しなければならない。

【0003】この表面分析法の一つにカソードルミネッセンス法と呼ばれる方法がある。この方法は、電子線を試料表面に照射して発生するルミネッセンス光を計測、分析することにより、試料の結晶完全性、不純物、結晶欠陥、歪場などを解析するものであり、特に発光素子の開発には欠くことのできない方法として利用されている。このカソードルミネッセンス法では、図 7 に示す様に真空容器 1 の内部に設置した試料 4 の表面に、電子銃 6 から放出され 5~20kV 程度に加速された電子線 8 を垂直に入射させる。そして、この電子線 8 によって試料 4 の表面でルミネッセンス光 10 が発生する。このルミ

ッセンス光 10 を集光ミラー 12 で集光して前記真空容器 1 の外部に取り出し、分光器 16 で分光したのち光検出器 18 で電気信号に変換している。

【0004】試料表面の結晶性、平坦性は、エピタキシャル薄膜や超格子薄膜などの作製にとって非常に重要である。この極表面の結晶構造の評価の 1 つに、反射高速電子線回折（以下 RHEED と略す）法があり、特に分子線エピタキシャル法ではその場評価法として広く用いられている。RHEED 法は図 8 に示す様に、真空容器 1 の内部に設置した試料 4 の表面に、電子銃 6 から放出され 5~30kV 程度に加速された電子線 8 をほぼ水平に入射させる。そして、この電子線は試料 4 の表面で回折を起こす。回折した電子線 8' は蛍光スクリーン 20 を光らせる。これをカメラ 21 で撮影することにより RHEED 図形を得ることができる。

【0005】また、最近この RHEED 測定時に発生する X 線を計測する RHEED-TRAXS (Reflection high-energy electron diffraction-total reflection angle X-ray spectroscopy) 法が提案された (Shunji Hasegawa et. al., Jpn. J. Appl. Phys. 24, L387(1985).)。図 9 に RHEED-TRAXS 装置を示す。電子線照射によって発生する X 線 28 は、四方八方に均一には放出されず全反射の条件で強く放出される。したがって X 線の検出器 30 は全反射の位置に取り付けられ、位置の微調整ができるようになっている。入射電子線 8 は試料 4 の表面にほぼ平行に近い角度で入射し、しかも表面の物質からの X 線 28 を全反射角に近い取り出し角度で計測するため、極表面の組成の分析ができる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、前記カソードルミネッセンス法においては、高速電子線が試料表面にほぼ垂直に入射する配置で構成されている。このため電子が試料表面から深く侵入し、その深さは電子線 8 の加速電圧に依存して約 1~数 μm に達する。このため、nm オーダーの極表面分析には適用できないという欠点がある。また、従来の RHEED では結晶の極表面、数原子層オーダーの原子配列の情報を得ることができるが、不純物や結晶欠陥に関する情報を得ることはできない。さらに、RHEED-TRAXS 法では結晶の極表面、数原子層オーダーの原子配列や平坦性、組成の情報を得ることができるが、不純物や結晶欠陥に関する情報を得ることはできない。そこで本発明の課題は、カソードルミネッセンス法、RHEED 法及び RHEED-TRAXS 法の問題点を解決して、nm オーダーの極表面の結晶性、平坦性、不純物、結晶欠陥を同時にしかも同一場所で分析することが可能な表面分析方法および表面分析装置を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】前記カソードルミネッセンス法の問題点を解決するため、本発明は、カソードルミネッセンス測定のための配置として、試料表面に入射

する電子線の入射角が 10° 以下になるように構成したことを特徴とする。電子線の入射角度を小さくするとともに試料表面への電子の侵入深さは浅くなり、特に試料表面とすれすれになるような浅い角度では、侵入深さは数nmと極端に浅くすることができる。したがってルミネッセンス光の発生する領域も、表面から深さ数nm程度以下の極表面領域とすることができる。ここで電子の侵入深さは、電子線の加速が大きいほど深くなるが、通常用いられている5~30kV程度の加速電圧では前記入射角を数 $^\circ$ 以下にすることにより極表面分析が可能である。

【0008】前記RHEED法の問題点を解決するため、本発明は、RHEED測定時に発生するルミネッセンス光を同時に測定することを特徴とする。RHEEDでは電子線を用いているため、測定時にルミネッセンス光が発生する。また、電子線を試料表面にすれすれに入射させるため、試料内部にほとんど侵入しない。このため、従来の方法と異なり、ルミネッセンス光には極表面からの信号しか含まれていない。本発明の方法では、真空容器内に電子銃および蛍光スクリーンから構成される反射高速電子線回折測定系と、前記電子銃から照射される電子線により試料表面から発生するルミネッセンス光を集光および導光するための光学系を備え、前記光学系により前記ルミネッセンス光を前記真空槽の外部に取り出し、前記真空槽の外部に前記ルミネッセンス光を計測するための分光器と光検出器を備え、RHEED像とルミネッセンス光を同時に測定する。

【0009】また、電子線を材料表面上を走査させ、各走査点で電子線により発生するルミネッセンス光を計測し、また各走査点でRHEED像を測定する。これらを2次元的に解析することにより、2次元での表面分析が可能となる。電子線を試料表面上で絞ることにより面内方向特に電子線に垂直方向での分解能を上げることができる。

【0010】また、本発明は、前記RHEED-TRAXS法の問題点を解決するため、RHEED-TRAXS測定時に発生するルミネッセンス光をも同時に測定することを特徴とする。電子線を試料表面にすれすれに入射させるため、試料内部にはほとんど侵入しない。このため、従来の方法と異なり、ルミネッセンス光には極表面からの信号しか含まれていない。このようにして、RHEED像とX線とルミネッセンス光を同時に測定する。

【0011】

【作用】以上述べたように本発明によれば、試料表面に入射する電子線の入射角を小さくすることにより、深さnmオーダー以下の極表面の結晶完全性、不純物、結晶欠陥、歪場などの評価が可能となる。また、RHEED測定とカソードルミネッセンス測定を同時に行うことにより、極表面の結晶構造だけでなく結晶完全性、不純物、結晶欠陥、歪場などの評価が可能となる。また、電子線を走査することにより、2次元での評価が可能となる。ま

た、従来の方法では試料表面にほぼ垂直に入射した電子が運動エネルギーを試料との衝突で失なって試料表面に留まるため、絶縁性の材料では異常な帯電が発生して正確な測定が困難であったが、本発明の方法によれば電子線の大部分は試料表面で反射するため帯電を大幅に低減することができる。

【0012】

【実施例】本発明の実施例について図面を用いて説明する。なお、特に必要でないかぎり、従来技術で使用した部材番号を用いるものとする。

（実施例1）図1に本発明による第1の実施例の表面分析装置の概略を示す。真空容器1の内部の回転および取り付け機構付きの試料ホルダー2に試料4を固定する。試料4を電子で励起するための電子銃6が取り付けられている。電子銃6から出た電子線8は試料4の表面にほぼ平行に近い浅い角度で入射するように、試料4と電子銃6は配置されている。この電子線8によって試料4は光る。真空容器1内の試料表面の上に、試料4から発生したルミネッセンス光10を集光および導光するための放物面形状の集光ミラー12が取り付けられている。前記放物面形状の集光ミラー12の代わりにレンズや反射ミラーを組み合わせてもよい。集光したルミネッセンス光10は真空容器1の石英ガラス窓14を通過して真空容器1の外に取り出される。真空容器1の外には分光器16と光検出器18が設置されており、導光されたルミネッセンス光10を分光計測する。

【0013】本実施例では、試料4として、鏡面仕上げしたサファイアおよびこれに金薄膜を蒸着したものを用い、電子線8の入射角度を約 2° にしてルミネッセンス光10の分光測定を行った。その結果を図2および図3に示す。図3は、サファイアおよびサファイアの上に金薄膜をそれぞれ5nm、12nmの厚みに蒸着した試料からのルミネッセンススペクトルを示す。326nm付近に強いピーク、692nm、694nmに非常に鋭いピーク、737nm付近にブロードなピークが観測され、これらのピークの強度は金蒸着膜を厚くすると急激に弱くなった。また、図2に326nm、694nm、737nmのピーク強度の金膜厚依存性を示すが、ピークによって膜厚依存性が異なることがわかる。このように、本発明により深さnmオーダーでルミネッセンス測定が可能になった。

【0014】（実施例2）図4に本発明による第2の実施例の表面分析装置の構成図を示す。真空容器1の内部には、回転および取り付け機構付きの試料ホルダー2があり、この試料ホルダー2に試料4を固定する。電子銃6と蛍光スクリーン20が試料4の両側にそれぞれ試料4をはさんで対向する位置に取り付けられており、電子銃6から出た電子線8は試料4の表面にほぼ平行に近い浅い角度で入射するようになっている。試料4表面に入射した電子線8は表面で回折され、回折された電子線8'は蛍光スクリーン20に到達してこれを光らせる。これ

によりRHEED 測定を行うことができる。

【0015】また、真空容器1内には試料4から発生するルミネッセンス光10を集光するためのレンズ系12aと、この集光した光を真空容器の外部に取り出すための導光系12b（この場合は全反射ミラー）が取り付けられている。導光系12bには反射ミラーの他に光ファイバーを用いても良い。スクリーン20の光がレンズ12a内に入射しないように遮光板13が取り付けられている。真空容器1の外部には分光器16が取り付けられており、試料4からのルミネッセンス光10を分光計測する。電子線8は試料表面にほぼ平行に入射するため試料4内部にはほとんど侵入しない。したがって試料4から発生するルミネッセンス光10は試料表面からのものに限定される。このようにして、極表面のRHEED 像とカソードルミネッセンス測定が同時にしかも同一場所で行うことができる。

【0016】（実施例3）図5に本発明による第3の実施例の表面分析装置の構成図を示す。基本構成は第2の実施例と同じである。違いは電子銃6から出る電子線8が試料表面で直径数nmから数 μm 程度に絞ることができる、かつ試料表面上で電子線8を2次元的に走査できる点である。そして、走査しながらRHEED とカソードルミネッセンスを同一場所を同時に測定し、コンピュータ24で処理して2次元の評価を行う。このため、電子銃6を走査するためのコントローラ22、コンピュータ24が取り付けられている。また、反射回折電子の強度を計測するため、フォトマルチプライア26が取り付けられている。この反射回折電子の強度を輝度信号として使うことにより、走査型反射電子顕微鏡像を得ることができる。

【0017】（実施例4）図5に本発明による第4の実施例の表面分析装置の構成図を示す。真空容器1の内部には、回転およびおとり機構付きの試料ホルダー2があり、この試料ホルダー2に試料4を固定する。電子銃6と蛍光スクリーン20が試料4の両側にそれぞれ試料4をはさんで対向する位置に取り付けられており、電子銃6から出た電子線8は試料表面にほぼ平行に近い浅い角度で入射するようになっている。試料表面に入射した電子線8は表面で回折され、蛍光スクリーン20に到達してこれを光らせる。これによりRHEED 測定を行うことができる。

【0018】また、電子線8によって試料4から特性X線28が発生する。電子線8は試料表面にすれすれに入射されるため、入射電子は多数の表面原子を励起し、表面原子からの特性X線28の強度が強くなる。この表面原子からの特性X線28の強度は、通常の電子線を垂直入射させるX線マイクロアナリシスに比べて非常に強い。また、特性X線28は、均一に四方八方に放出されるのではなく、ある特定の方角で強く放出される。この方角は特性X線28の固体表面に対する全反射の臨界角

に一致する。この方向にX線検出器30（Si（Li）検出素子）を取り付ける。電子線8によって励起されたX線28は、真空を維持するためのBe窓32を通して真空容器1の外部に取り出され、X線検出器30に入射し検出される。

【0019】さらに、真空容器1内には試料4から発生するルミネッセンス光10を集光し、真空容器1の外部に取り出すためのレンズ系12が取り付けられている。レンズ系12によって試料4からのルミネッセンス光10は分光器16に導かれ、分光計測される。電子線8は試料表面にほぼ平行に入射するため試料4の内部にはほとんど侵入しない。したがって試料4から発生するルミネッセンス光10は試料表面からのものに限定される。このようにして、極表面のRHEED 像とX線分光測定とカソードルミネッセンス測定が一測定部位でしかも同時に行うことができる。また、電子線を試料表面上を2次元的に走査させ、各走査点につき3種類の測定を行うことにより、試料表面につき正確でかつ緻密な評価を行うことができる。

【0020】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によれば、極表面のルミネッセンス光を測定することができるため、極表面の不純物、結晶欠陥を解析することが可能となる。また、RHEED とカソードルミネッセンス評価が同時にしかも同一測定部位で行うことができるため、表面の結晶構造、不純物、結晶欠陥の評価を行うことができる。さらに、RHEED 、カソードルミネッセンス及びX線分光測定を同一測定部位で行うことができるため、表面の結晶構造、不純物、結晶欠陥に加えて表面組成の評価することができ、体系的でかつ信頼性の高い表面分析を行うことができる。また、本発明によれば、複数の分析技術を複合化して簡易に高度な表面分析が可能となっている。

【図面の簡単な説明】

【図1】カソードルミネッセンス法による表面分析装置の構成図

【図2】サファイアおよび金蒸着したサファイアのカソードルミネッセンス強度との関係を示す図

【図3】サファイアの発光強度の金薄膜の膜厚依存性を示すスペクトル

【図4】RHEED法及びカソードルミネッセンス法による表面分析装置の構成図

【図5】電子線を試料表面上を走査可能なRHEED法及びカソードルミネッセンス法による表面分析装置の構成図

【図6】RHEED 法、カソードルミネッセンス法及びTRAXS 法による表面分析装置の構成図

【図7】従来のカソードルミネッセンス装置の構成図

【図8】従来のRHEED 装置の構成図

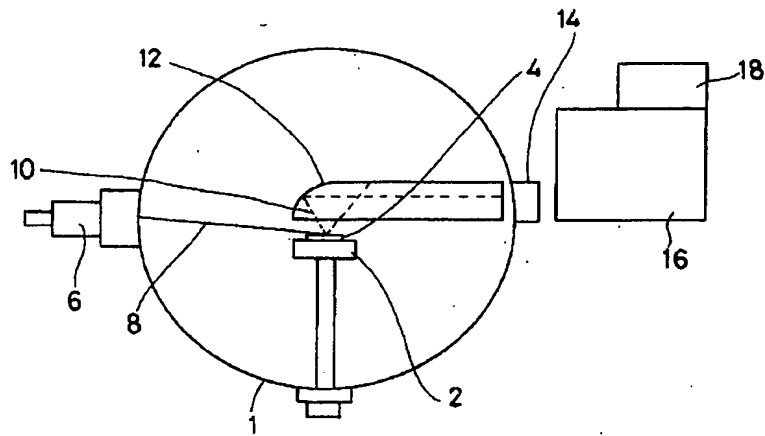
【図9】従来のRHEED-TRAXS 装置の構成図

【符号の説明】

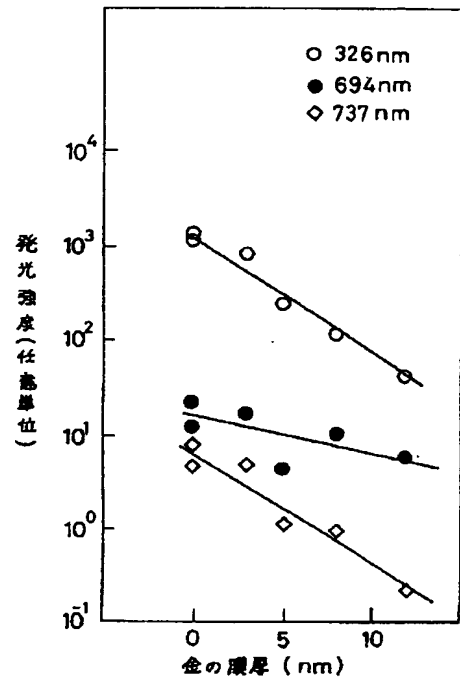
- 1 真空容器
4 試料
6 電子銃

- 8 電子線
10 ルミネッセンス光
28 X線

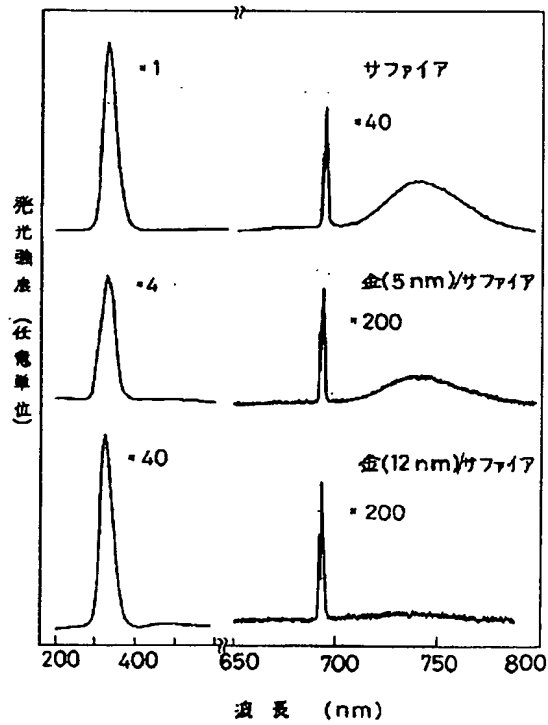
【図1】



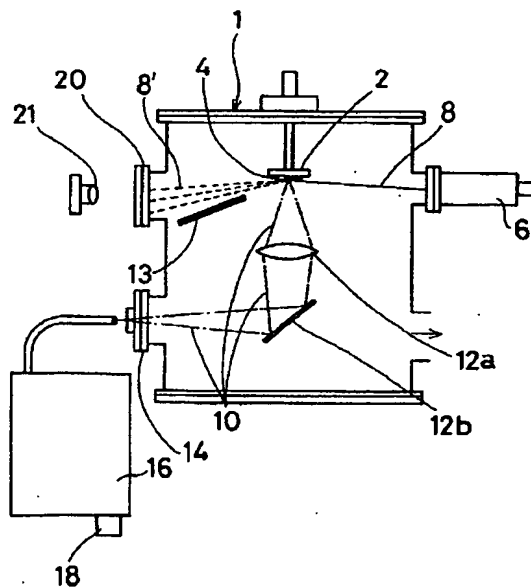
【図2】



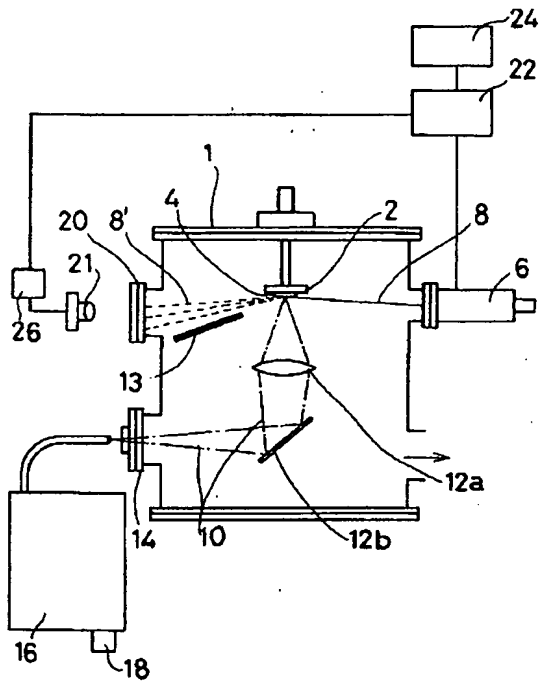
【図3】



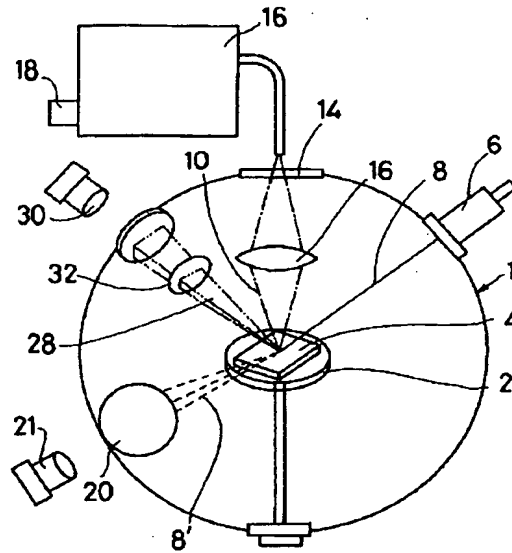
【図4】



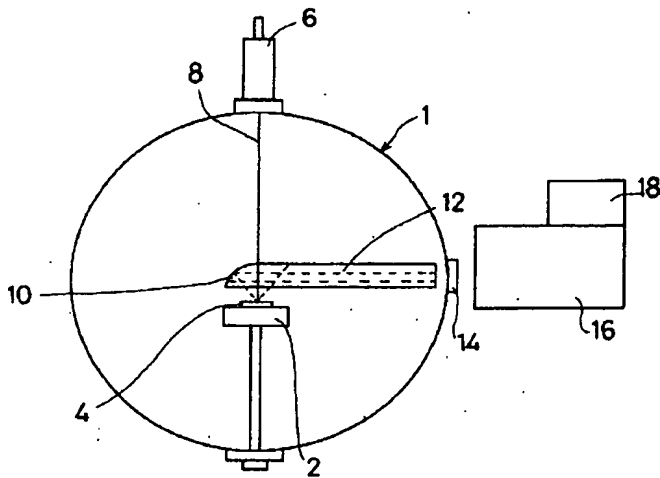
【図5】



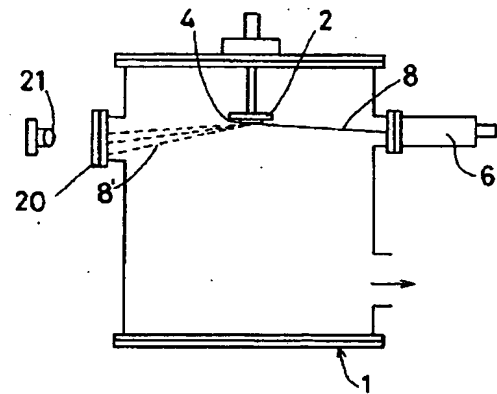
【図6】



【図7】



【図8】



【図9】

